



#6

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Mohamed BOUZEKRI

GAU:

SERIAL NO: 09/610,343

EXAMINER:

FILED: July 3, 2000

FOR: STEEL SHEET WITH LOW ALUMINUM CONTENT FOR CONTAINERS

REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
FRANCE	9908419	July 1, 1999

Certified copy of the corresponding Convention Application:

- ☒ is submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
(B) Application Serial No.(s)
 - ☐ are submitted herewith
 - ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Jean-Paul Lavalleye
Registration No. 31,451

John K. Pike, Ph.D.
Registration No. 41,253



22850

THIS PAGE BLANK (USPTO)



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le **23 JUIN 2000**

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS Cédex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04
Télécopie : 01 42 93 59 30

THIS PAGE BLANK (USPTO)

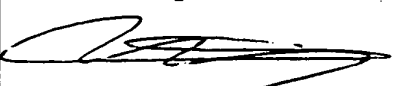

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

Confirmation d'un dépôt par télécopie

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales.

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Reserve à l'INPI

<p>DATE DE REMISE DES PIÈCES 1 JUIL 1999</p> <p>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL 9908419</p> <p>DÉPARTEMENT DE DÉPÔT 75 INP. PARIS</p> <p>DATE DE DÉPÔT 01 JUIL 1999</p>		<p>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</p> <p>Monsieur Thierry WIRIG USINOR Direction Propriété Industrielle Immeuble La Pacific TSA 10001 92070 LA DEFENSE CEDEX</p> <p>n° du pouvoir permanent 25/03/1998 références du correspondant SOL 98/096b téléphone 41 25 59 54</p>											
<p>2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> demande divisionnaire</p> <p><input type="checkbox"/> certificat d'utilité <input type="checkbox"/> transformation d'une demande de brevet européen</p> <p><input type="checkbox"/> demande initiale</p> <p><input type="checkbox"/> brevet d'invention</p> <p>Établissement du rapport de recherche <input type="checkbox"/> diffère <input checked="" type="checkbox"/> immédiat</p> <p>Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance <input type="checkbox"/> oui <input checked="" type="checkbox"/> non</p> <p>Titre de l'invention (200 caractères maximum)</p> <p>Tôle d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage.</p>		<p>3 DEMANDEUR (S) n° SIREN code APE-NAF</p> <p>Norm et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination</p> <p>SOLLAC</p> <p>Forme juridique</p> <p>Société Anonyme</p> <p>Nationalité (s) FRANCAISE</p> <p>Adresse (s) complète (s)</p> <p>Immeuble "La Pacific" La Défense 7 11/13 Cours Valmy 92800 PUTEAUX</p> <p>Pays</p> <p>FRANCE</p>											
<p>4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs <input type="checkbox"/> oui <input checked="" type="checkbox"/> non Si la réponse est non, fournir une désignation séparée</p>													
<p>5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES <input type="checkbox"/> requise pour la 1ère fois <input type="checkbox"/> requise antérieurement au dépôt : joindre copie de la décision d'admission</p>													
<p>6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>pays d'origine</th> <th>numéro</th> <th>date de dépôt</th> <th>nature de la demande</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td colspan="4" style="height: 100px;"> </td> </tr> </tbody> </table>				pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande						
pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande										
<p>7 DIVISIONS</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>antérieures à la présente demande</th> <th>n°</th> <th>date</th> <th>n°</th> <th>date</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td colspan="5" style="height: 20px;"> </td> </tr> </tbody> </table>				antérieures à la présente demande	n°	date	n°	date					
antérieures à la présente demande	n°	date	n°	date									
<p>8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (nom et qualité du signataire)</p> <p>Thierry WIRIG 422 05/031</p>		<p>SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI</p> <p> </p>											

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DEPARTEMENT DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg

75800 Paris Cédex 08

Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

l 9908419

TITRE DE L'INVENTION :

Tôle d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

SOLLAC (société anonyme)

Immeuble "La Pacific"

La Défense 7

11/13 Cours Valmy

92800 PUTEAUX (France)

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

BOUZEKRI Mohamed

24, rue Emile ZOLA

57120 ROMBAS (France)

SOL 98/096b

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) ~~du titulaire, du demandeur ou du~~ du mandataire

30/06/1999

Thierry WIRIG 422-5/031



DOCUMENT COMPORTANT DES MODIFICATIONS

PAGE(S) DE LA DESCRIPTION OU DES REVENDECATIONS OU PLANCHE(S) DE DESSIN			R.M.*	DATE DE LA CORRESPONDANCE	TAMPON DATEUR DU CORRECTEUR
Modifiée(s)	Supprimée(s)	Ajoutée(s)			
114			X	3109199	EMI - 07 SEP 1999

Un changement apporté à la rédaction des revendications d'origine, sauf si celui-ci découle des dispositions de l'article R.612-36 du code de la Propriété Intellectuelle, est signalé par la mention «R.M.» (revendications modifiées).

TOLE D'ACIER A BASSE TENEUR EN ALUMINIUM POUR EMBALLAGE.

La présente invention concerne le domaine des aciers pour application dans le domaine de l'emballage métallique, alimentaire, non
5 alimentaire ou industriel.

Les aciers élaborés pour des utilisations propres à l'emballage métallique se différencient surtout des tôles minces par leurs caractéristiques physiques.

Les épaisseurs des tôles d'acier pour emballage varient de 0,12
10 mm à 0,25 mm pour la plus grande majorité des utilisations, mais peuvent atteindre des épaisseurs plus importantes, jusqu'à 0,49 mm pour des applications très particulières. C'est par exemple le cas de certains emballages non alimentaires, comme par exemple certains aérosols, ou le cas de certains emballages industriels. Elles peuvent également descendre
15 jusqu'à 0,08 mm, par exemple dans le cas des barquettes alimentaires.

Les tôles d'acier pour emballage sont habituellement revêtues d'un revêtement métallique (étain, refondu ou non, ou chrome) sur lequel est généralement déposé un revêtement organique (verniss, encres, films plastiques).

20 Dans le cas des emballages deux pièces, ceux-ci sont réalisés par emboutissage sous serre-flan, ou par emboutissage/repassage pour les boites boissons, et sont généralement des boites axisymétriques, cylindriques ou tronconiques. Cependant, les emballagistes montrent un intérêt de plus en plus marqué pour des aciers d'épaisseurs toujours plus faibles, de 0,12 mm à
25 0,075 mm et, dans le souci de se différencier des concurrents, ils cherchent à innover dans des formes de plus en plus complexes. Aussi trouvons nous maintenant des boites de formes originales, fabriquées dans des tôles d'acier de faibles épaisseurs qui, bien que présentant de plus grandes difficultés de formage, doivent répondre aux critères d'utilisation (tenue mécanique de
30 l'emballage, résistance à la charge axiale qu'ils subissent lors de leur entreposage en empilement, résistance à la surpression interne qu'ils subissent pendant le traitement thermique de stérilisation et à la dépression interne qu'ils subissent après le refroidissement) et donc présenter une très haute résistance mécanique.

35 Ainsi, la mise en oeuvre et la performance de ces emballages dépendent d'un certain nombre de caractéristiques mécaniques de l'acier :

- le coefficient d'anisotropie planaire ΔC aniso,
- le coefficient de Lankford,
- la limite d'élasticité R_e ,
- la résistance maximale à la rupture R_m ,
- 5 - l'allongement $A\%$,
- l'allongement réparti $A_g\%$.

Pour conférer à l'emballage une tenue mécanique équivalente à épaisseur d'acier inférieure, il est indispensable que la tôle d'acier présente une résistance maximale à rupture plus élevée.

10 Pour la réalisation d'emballages, il est connu d'utiliser des aciers à basse teneur en aluminium, et en particulier des aciers dits « aciers bas aluminium renitrurés ». Un tel acier est par exemple décrit dans le brevet français n° 95 11 113.

15 La teneur en carbone visée habituellement pour ce type d'acier est comprise entre 0,050% et 0,080%, la teneur en manganèse comprise entre 0,20 et 0,45%. La teneur en aluminium est contrôlée pour être inférieure à 0,020 % dans le but de conférer à la tôle d'acier une microstructure améliorée, une bonne propreté inclusionnaire, et par voie de conséquence des caractéristiques mécaniques élevées.

20 La teneur en azote est également contrôlée et est comprise entre 0,008 et 0,016 %. Cette teneur en azote est assurée par ajout en poche de cyanamide calcique lors de l'élaboration de l'acier, ou par soufflage d'azote gazeux dans le bain d'acier. L'intérêt connu de l'ajout d'azote est de durcir l'acier par effet de solution solide.

25 Ces tôles d'acier sont réalisées par laminage à froid d'une bande à chaud, avec un taux de laminage à froid compris entre 75% et plus de 90%, suivi d'un recuit en continu à une température comprise entre 640 et 700°C, et d'un second laminage à froid avec un taux d'allongement au cours de ce second laminage à froid variable entre 2% et 45% selon le niveau de
30 résistance maximale à la rupture R_m visé.

 Mais, pour les aciers à basse teneur en aluminium, des caractéristiques mécaniques élevées sont associées à une capacité d'allongement faible. Cette faible ductilité, outre le fait qu'elle est défavorable à la mise en forme de l'emballage, entraîne dans cette mise en forme un
35 amincissement des parois qui va être défavorable aux performances de l'emballage.

Ainsi par exemple un acier « bas aluminium renitruré » présentant une résistance maximale à la rupture R_m de l'ordre de 550 MPa, présentera un taux d'allongement $A\%$ de l'ordre de 2 à 5% seulement.

La présente invention a pour but de proposer une tôle d'acier à
 5 basse teneur en aluminium pour emballage qui présente un taux d'allongement $A\%$ plus élevé que celui des aciers à basse teneur en aluminium de l'état de la technique, à niveau de résistance maximale à la rupture équivalente.

Pour obtenir ces caractéristiques, l'invention a pour objet un
 10 procédé de fabrication d'une bande d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage, dans lequel :

- on approvisionne une bande d'acier laminée à chaud comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014%
 15 d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables,

- on effectue un premier laminage à froid de la bande,

- on soumet la bande laminée à froid à un recuit,

- on effectue éventuellement un laminage à froid secondaire,

caractérisé en ce que le recuit est un recuit continu dont le cycle comporte :

20 - une montée en température jusqu'à une température supérieure à la température de début de transformation perlitique Ac_1 ,

- un maintien de la bande au dessus de cette température pendant une durée supérieure à 10 secondes,

25 - un refroidissement rapide de la bande jusqu'à une température inférieure à 100°C à une vitesse de refroidissement supérieure à 100°C par seconde,

- un traitement thermique à basse température comprise entre 100°C et 300°C pendant une durée supérieure à 10 secondes,

- et un refroidissement jusqu'à la température ambiante.

30 Selon d'autres caractéristiques du procédé selon l'invention :

- après refroidissement rapide de la bande et avant traitement thermique à basse température, on effectue une opération de déformation plastique en allongement de la bande avec un taux d'allongement compris entre 1 et 5% ;

- la bande est maintenue au cours du recuit à une température comprise entre Ac_1 et 800°C , pendant une durée de 10 secondes à 2 minutes ;

5 - la vitesse de refroidissement rapide est comprise entre 100°C par seconde et 500°C par seconde ;

- la bande est maintenue au cours du traitement thermique à basse température comprise entre 100°C et 300°C , pendant une durée comprise entre 10 secondes et 2 minutes ;

10 - l'opération de déformation plastique en allongement de la bande est effectuée par planage sous traction ou par laminage.

L'invention concerne également une tôle d'acier à basse teneur en aluminium comprenant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014% d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables,
15 fabriquée selon le procédé ci-dessus, caractérisé en ce qu'elle présente à l'état vieilli un taux d'allongement A% satisfaisant la relation :

$$(750 - R_m) / 16,5 \leq A\% \leq (850 - R_m) / 17,5$$

20 R_m étant la résistance maximale à la rupture de l'acier, exprimée en MPa.

Selon d'autres caractéristiques de la tôle, l'acier comporte des atmosphères de COTTRELL et/ou des carbures epsilon précipités à basse température, et présente un nombre de grains par mm^2 supérieur à 30000.

25 Les caractéristiques et avantages apparaîtront plus clairement dans la description qui suit, donnée uniquement à titre d'exemple, faite en référence aux figures jointes en annexe.

Les figures 1 et 2 sont des diagrammes montrant l'influence de la température de recuit sur la résistance maximale à rupture R_m .

30 La figure 3 est un diagramme montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur la résistance maximale à rupture R_m .

La figure 4 est un diagramme montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur la résistance maximale à rupture R_m et le taux d'allongement A%.

35 La figure 5 est un diagramme montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur la dureté HR30T.

La figure 6 est un diagramme montrant l'influence du traitement thermique à basse température sur la résistance maximale à rupture R_m .

La figure 7 est un diagramme montrant l'influence du traitement thermique à basse température sur et le taux d'allongement $A\%$.

5 La figure 8 est un diagramme montrant l'influence de la déformation plastique en allongement sur la résistance maximale à rupture R_m .

Plusieurs essais ont été réalisés, tout d'abord en laboratoire puis en conditions industrielles, pour valider les caractéristiques de l'invention. Les résultats complets de deux de ces essais vont maintenant être décrits.

Ces essais concernent deux bobines à froid en acier à basse teneur en aluminium, dont les caractéristiques sont reproduites dans le tableau 1 ci-après.

	Teneurs ($10^{-3} \%$)				Laminage à chaud			Laminage à froid	
	C	Mn	Al	N	TFL (°C)	Tbob (°C)	Ep (mm)	T réd. (%)	Ep (mm)
A	59	345	15	10,5	842	598	2,06	91,2	0,18
B	66	309	17	12	841	587	2,00	87	0,28

15

Tableau 1

Dans la première colonne, on a repéré la bobine ; dans les deuxième à cinquième colonnes, on a indiqué en $10^{-3} \%$ poids les teneurs des constituants principaux ayant une importance. Les sixième à huitième colonnes concernent les conditions de laminage à chaud : dans la sixième colonne, on a indiqué la température de fin de laminage à chaud ; dans la septième colonne, la température de bobinage ; dans la huitième colonne, l'épaisseur de la bande à chaud. Enfin les colonnes neuf et dix concernent les conditions de laminage à froid : dans la neuvième colonne, on a indiqué le taux de réduction du laminage à froid et dans la dixième colonne, l'épaisseur finale de la bande à froid.

Ces deux bandes standard ont fait l'objet de recuits différenciés suivi de second laminages à froid également différenciés.

30 Les températures de maintien au recuit ont varié de 650°C à 800°C , les vitesses de refroidissement ont varié de 40°C/s à 400°C/s , les

températures de recuit à basse température ont varié de 150 à 350°C, et les taux d'allongement au second laminage ont varié de 1% à 42%, avec ou sans déformation plastique en allongement intermédiaire.

5 Outre les examens micrographiques, la caractérisation du métal issu de ces différents essais a consisté d'une part à faire des tractions sur des éprouvettes ISO 12,5x50 dans le sens du laminage et en sens travers, à l'état frais et à l'état vieilli après vieillissement à 200°C pendant 20 minutes, d'autre part de déterminer la dureté HR30T également à l'état frais et à l'état vieilli.

10 Ces essais ont permis de démontrer qu'il est possible d'augmenter considérablement la résistance maximale à la rupture R_m pour le même acier à basse teneur en aluminium, à taux d'allongement au second laminage à froid identique, si on pratique entre les deux laminages à froid un recuit continu selon les conditions de l'invention.

15 Dit autrement, ces essais ont permis de démontrer qu'il est possible d'augmenter considérablement la ductilité $A\%$ pour le même acier à basse teneur en aluminium, à résistance maximale à la rupture R_m identique, si on pratique entre les deux laminages à froid un recuit continu selon les conditions de l'invention, car le même niveau de R_m est atteint avec un taux
20 d'allongement plus faible au cours du second laminage. Ainsi, il devient possible de réaliser des qualités d'acier à basse teneur en aluminium avec un niveau de R_m de l'ordre de 380 MPa sans nécessiter de second laminage après recuit, sauf peut être une opération d'écrouissage léger appelé skin-pass qui permet de supprimer le palier de limite d'élasticité présent sur le
25 métal en sortie du recuit.

Incidence de la composition de l'acier

30 Comme indiqué précédemment, l'invention ne se situe pas dans la composition de l'acier, qui est un acier à basse teneur en aluminium standard.

Comme tous les aciers à basse teneur en aluminium renitrurés, ce sont essentiellement les teneurs en aluminium et en azote qui sont importantes :

35 - l'aluminium est utilisé pour calmer l'acier. Il est limité à 0,020% dans le but de conférer à la tôle d'acier une microstructure améliorée, une

bonne propreté inclusionnaire, et part voie de conséquence des caractéristiques mécaniques élevées ;

- la teneur en azote est également contrôlée et est comprise entre 0,008 et 0,016 %. Cette teneur en azote est assurée par ajout en poche de cyanamide calcique lors de l'élaboration de l'acier, ou par soufflage d'azote gazeux dans le bain d'acier. L'intérêt connu de l'ajout d'azote est de durcir l'acier par effet de solution solide.

Le carbone et le manganèse sont également deux éléments qu'il convient de contrôler.

- la teneur en carbone visée habituellement pour ce type d'acier est comprise entre 0,050% et 0,080% ;
- la teneur en manganèse est comprise entre 0,25 et 0,40%.

Incidence des conditions de dénaturation à chaud

Les aciers à basse teneur en aluminium renitrurés recuits en continu sont généralement laminés à une température supérieure à A_{r3} .

Le paramètre essentiel est la température de bobinage, et on préfère un bobinage froid, entre 500 et 620°C. En effet, le bobinage chaud, à une température supérieure à 650°C présente deux inconvénients :

- il génère des hétérogénéités de caractéristiques mécaniques en liaison avec les différences de vitesses de refroidissement entre le coeur et les extrémités de la bande ;
- il induit un risque de croissance anormale des grains, laquelle peut se produire pour certains couples (température de fin de laminage, température de bobinage) et peut constituer un défaut rédhibitoire aussi bien en tôle à chaud qu'en tôle à froid.

Néanmoins un bobinage chaud peut être effectué en pratiquant par exemple un bobinage sélectif : la température est plus élevée en extrémités de la bande.

Incidence des conditions de laminage à froid

De par les faibles épaisseurs finales à réaliser, le domaine du taux de réduction à froid s'étend de 75% à plus de 90%.

Les facteurs principaux qui interviennent dans la définition du taux de réduction à froid sont bien évidemment l'épaisseur finale du produit, et sur ce point on peut jouer sur l'épaisseur du produit à chaud, ainsi que des considérations métallurgiques.

5 Les considérations métallurgiques sont basées sur l'incidence du taux de réduction à froid sur l'état microstructural, et par voie de conséquence sur les caractéristiques mécaniques après recristallisation et recuit. Ainsi plus le taux de réduction à froid augmente, plus la température de recristallisation est faible, plus les grains sont faibles et plus R_e et R_m sont
10 élevés. En particulier, le taux de réduction a une incidence très forte sur le coefficient de Lankford.

Dans le cas d'exigences en termes de cornes d'emboutissage, il convient par exemple d'optimiser la nuance d'acier et surtout la teneur en carbone, et le taux de réduction du laminage à froid avec la dureté ou les
15 caractéristiques mécaniques souhaitées pour obtenir un métal dit « métal sans cornes ».

Incidence du recuit

20 Une caractéristique importante de l'invention réside dans la température de recuit. Il est important que la température de recuit soit supérieure au point de début de transformation perlitique Ac_1 (de l'ordre de 720°C pour ce type d'acier).

Une autre caractéristique importante de l'invention réside dans
25 la vitesse de refroidissement qui doit être supérieure à 100°C/s.

Au cours du maintien de la bande à une température supérieure à Ac_1 , il se forme de l'austénite, riche en carbone. Le refroidissement rapide de cette austénite permet de maintenir une certaine quantité de carbone et d'azote à l'état libre.

30 Il est donc important de réaliser un refroidissement rapide, compris entre 100 et 500°C/s au moins jusqu'à une température inférieure à 100°C. Si le refroidissement rapide est arrêté avant 100°C, les atomes de carbone et d'azote libres vont pouvoir se combiner et l'effet recherché ne sera pas atteint. Il est bien évident qu'un refroidissement rapide jusqu'à la
35 température ambiante est possible.

Il est également possible d'effectuer un refroidissement à une vitesse supérieure à 500°C/s, mais la Demanderesse a constaté que au delà de 500°C/s, l'influence d'une augmentation de la vitesse de refroidissement n'est plus très significative.

5 Ce recuit à haute température avec refroidissement rapide est suivi d'un traitement thermique à basse température, que l'on pourrait qualifier de traitement thermique de pseudo-survieillissement.

La caractéristique essentielle de ce traitement thermique à basse température réside dans la température de maintien de la bande, qui
10 doit être comprise entre 100 et 350°C. Les vitesses de montée en température et de refroidissement au cours de ce traitement thermique à basse température ont peu d'importance.

Ce traitement thermique à basse température a pour but de faire précipiter les atomes de carbone libres sous forme de précipités fins et dispersés de carbures basse température et/ou de carbures epsilon. Il permet
15 également la ségrégation des atomes de carbone et d'azote libres au niveau des dislocations pour former des atmosphères de COTTRELL.

Les figures 1 et 2 présentent l'influence de la température de recuit à vitesse de refroidissement constante (Visée 100°C/s et réalisée 73 à 102°C/s sur la figure 1 ; Visée 300°C/s et réalisée 228 à 331°C/s sur la
20 figure 2) sur la résistance maximale à la rupture Rm.

On constate sur ces figures une nette augmentation de Rm à taux d'allongement du second laminage identique pour les aciers recuits à 750°C et à 800°C par rapport au même acier recuit à 650°C.

25 Toutefois, cette influence de la température de recuit sur la résistance maximale à la rupture Rm n'est pas très perceptible pour des taux d'allongement au second laminage à froid inférieurs à 3%. Elle ne devient vraiment significative qu'à partir de 5% d'allongement au second laminage à froid.

30 Une température trop élevée, supérieure à 800°C, entraîne une précipitation, au moins partielle de l'azote sous la forme de nitrures d'aluminium. Cet azote précipité ne participe plus au durcissement de l'acier, ce qui a pour effet une baisse de la résistance maximale à la rupture Rm. Ce phénomène est entrevu sur la figure 2 sur laquelle on remarque, pour des
35 taux d'allongement supérieurs à 10 %, une baisse de l'augmentation de la

résistance maximale à la rupture R_m entre l'échantillon recuit à 750°C et l'échantillon recuit à 800°C.

Le temps de maintien de la bande entre Ac_1 et 800°C doit être suffisant pour remettre tout le carbone correspondant à l'équilibre en solution.

- 5 Un maintien pendant 10 secondes est suffisant pour s'assurer cette remise en solution de la quantité de carbone correspondant à l'équilibre pour les aciers dont la teneur en carbone est comprise entre 0,020 et 0,035%, et un maintien au delà de 2 minutes, bien que possible, est inutile et coûteux.

- 10 Les figures 3 et 4 présentent l'influence de la vitesse de refroidissement à température de recuit constante (750°C) maintenue pendant 20 secondes.

- Comme on peut le voir sur la figure 3, à 10% d'allongement au second laminage à froid, la résistance maximale à la rupture R_m de l'acier est égale à environ 560 MPa si la vitesse de refroidissement est égale à 100°C/s, alors qu'elle n'atteint que 505 MPa si la vitesse de refroidissement est égale à 50°C/s.

- On peut donc réaliser un acier à basse teneur en aluminium dont la valeur de R_m est égale à 560 MPa avec seulement 10% d'allongement au second laminage à froid si la vitesse de refroidissement est égale à 100°C/s, alors qu'il faut effectuer un second laminage à froid avec un taux d'allongement de 17 % si la vitesse de refroidissement n'est que de 50°C/s.

- Ce plus faible taux d'allongement au second laminage à froid permet de moins dégrader la ductilité de l'acier. On voit ainsi sur la figure 4 que l'acier dont R_m est égal à 560 MPa présente une ductilité $A\%$ égale à 12,5 lorsque la vitesse de refroidissement est égale à 100°C/s, alors qu'elle est égale à 5,5 lorsque la vitesse de refroidissement est égal à 50°C/s.

- Cette constatation est également valable sur la dureté de l'acier. Comme on le voit sur la figure 5, pour un même taux d'allongement au second laminage à froid, la dureté de l'acier augmente si la vitesse de refroidissement est égale à 100°C/s. Cette augmentation de la dureté est due à une teneur en carbone libre plus élevée et/ou à la présence des précipités fins et dispersés.

- Comme on peut le voir sur la figure 6, pour un acier recuit pendant 20 secondes à 750°C et refroidi avec une vitesse de refroidissement égale à 100°C/s puis laminé à froid avec un taux d'allongement égal à 10%, la

résistance maximale à la rupture R_m augmente si on effectue un traitement thermique à basse température après le recuit à haute température. Ainsi, par exemple, pour l'acier A, le traitement thermique à 150°C permet d'augmenter la valeur de R_m d'environ 50 MPa avec un taux de laminage à froid
 5 secondaire égale à 10% par rapport au même acier n'ayant pas subi de traitement thermique à basse température et ayant subi un laminage à froid secondaire avec un taux d'allongement égal à 18% ($R_m = 560$ MPa sans traitement thermique à basse température après recuit à haute température, et $R_m = 590$ MPa après traitement thermique à 150°C).

10 On constate sur cette figure que la résistance maximale à la rupture R_m diminue quand la température du traitement thermique dépasse 300°C . Par exemple, après traitement thermique à 350°C , la valeur de R_m est seulement égale en moyenne à 540 MPa, ce qui représente une baisse de 20 MPa par rapport au même acier obtenu sans traitement thermique à basse
 15 température, à la différence de taux d'allongement au cours du laminage à froid secondaire près. Cette diminution de R_m avec la température du traitement thermique est due à une précipitation du carbone sous la forme de cémentite.

20 Comme on le voit sur la figure 7, le traitement thermique à basse température permet également d'augmenter le taux d'allongement $A\%$, qui passe ainsi de 4,8% à une moyenne de 9%, toutes conditions égales par ailleurs.

Incidence de la déformation plastique en allongement

25 Il est possible d'accroître encore le phénomène de durcissement de l'acier en effectuant, après refroidissement rapide de la bande et avant traitement thermique à basse température, une opération de déformation plastique en allongement de la bande avec un taux d'allongement compris
 30 entre 1 et 5%.

Cette déformation plastique crée des dislocations sur lesquelles vont se former, au cours du traitement thermique à basse température, des atmosphères de COTTRELL, c'est à dire des accumulations d'atomes de carbone et d'azote libres autour des dislocations engendrées par la
 35 déformation plastique, et/ou des carbures epsilon. Ainsi, à la suite du traitement thermique à basse température, les dislocations engendrées par la

déformation du matériau seront immobilisées ou ancrées par ces atmosphères de COTTRELL ce qui a pour effet un durcissement de l'acier.

Comme on le voit sur la figure 8, à taux d'allongement total identique, la résistance à la rupture R_m de l'acier A augmente significativement si on effectue une petite déformation plastique en allongement, entre le recuit à haute température et le traitement thermique à basse température. Par exemple, on voit que pour un taux d'allongement total égal à 15% réalisé en une seule fois après traitement thermique à basse température, la valeur de R_m est égale à 660 MPa. En revanche, si on effectue une déformation plastique intermédiaire avec un taux d'allongement égal à 1%, le taux d'allongement total restant égal à 15% (ce qui signifie que l'on diminue le taux d'allongement au cours du laminage à froid secondaire), la valeur de R_m est égale à 672 MPa. Elle atteint 700 MPa avec un taux de déformation plastique intermédiaire égal à 3%.

Cette déformation plastique intermédiaire en allongement peut être effectuée par planage sous traction ou par laminage.

Les analyses micrographiques des échantillons ont permis de constater que le nombre de grains par mm^2 est plus important (supérieur à 30000).

Ainsi ce procédé de fabrication permet de réaliser un acier à basse teneur en aluminium pour emballage, comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014 % d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables, qui présente à l'état vieilli un taux d'allongement A% satisfaisant la relation :

$$(750 - R_m) / 16,5 \leq A\% \leq 850 - R_m) / 17,5$$

R_m étant la résistance maximale à la rupture de l'acier, exprimée en MPa.

REVENDICATIONS

1 - Procédé de fabrication d'une bande d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage, dans lequel :

- 5 - on approvisionne une bande d'acier laminée à chaud comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014% d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables,
- 10 - on effectue un premier laminage à froid de la bande,
- on soumet la bande laminée à froid à un recuit,
- on effectue éventuellement un laminage à froid secondaire, caractérisé en ce que le recuit est un recuit continu dont le cycle comporte :
- une montée en température jusqu'à une température supérieure à la température de début de transformation perlitique Ac_1 ,
- 15 - un maintien de la bande au dessus de cette température pendant une durée supérieure à 10 secondes,
- un refroidissement rapide de la bande jusqu'à une température inférieure à 100°C à une vitesse de refroidissement supérieure à 100°C par seconde,
- 20 - un traitement thermique à basse température comprise entre 100°C et 300°C pendant une durée supérieure à 10 secondes,
- et un refroidissement jusqu'à la température ambiante.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, après refroidissement rapide de la bande et avant traitement thermique à basse température, on effectue une opération de déformation plastique en allongement de la bande avec un taux d'allongement compris entre 1 et 5%.

3 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la bande est maintenue au cours du recuit à une température comprise entre Ac_1 et 800°C, pendant une durée de 10 secondes à 2 minutes.

4 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la vitesse de refroidissement rapide est comprise entre 100°C par seconde et 500°C par seconde.

5 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la bande est maintenue au cours du traitement thermique à basse température comprise entre 100°C et 300°C, pendant une durée comprise entre 10 secondes et 2 minutes.

5

6 - Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'opération de déformation plastique en allongement de la bande est effectuée par planage sous traction.

10

7 - Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'opération de déformation plastique en allongement de la bande est effectuée par laminage.

15

8 - Tôle d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage, comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014 % d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables, fabriquée selon le procédé des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'elle présente à l'état vieilli un taux d'allongement A% satisfaisant la relation :

20

$$(750 - R_m) / 16,5 \leq A\% \leq (850 - R_m) / 17,5$$

R_m étant la résistance maximale à la rupture de l'acier, exprimée en MPa.

25

9 - Tôle d'acier selon la revendication 5, caractérisée en ce que l'acier comporte des atmosphères de COTTRELL et/ou des carbures epsilon précipités à basse température, et présente un nombre de grains par mm² supérieur à 30000.

30

5 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la bande est maintenue au cours du traitement thermique à basse température comprise entre 100°C et 300°C, pendant une durée comprise entre 10 secondes et 2 minutes.

5

6 - Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'opération de déformation plastique en allongement de la bande est effectuée par planage sous traction.

10

7 - Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'opération de déformation plastique en allongement de la bande est effectuée par laminage.

15

8 - Tôle d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage, comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014 % d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables, fabriquée selon le procédé des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'elle présente à l'état vieilli un taux d'allongement A% satisfaisant la relation :

20

$$(750 - R_m) / 16,5 \leq A\% \leq 850 - R_m) / 17,5$$

R_m étant la résistance maximale à la rupture de l'acier, exprimée en MPa.

25

9 - Tôle d'acier selon la revendication 8, caractérisée en ce que l'acier comporte des atmosphères de COTTRELL et/ou des carbures epsilon précipités à basse température, et présente un nombre de grains par mm² supérieur à 30000.

30

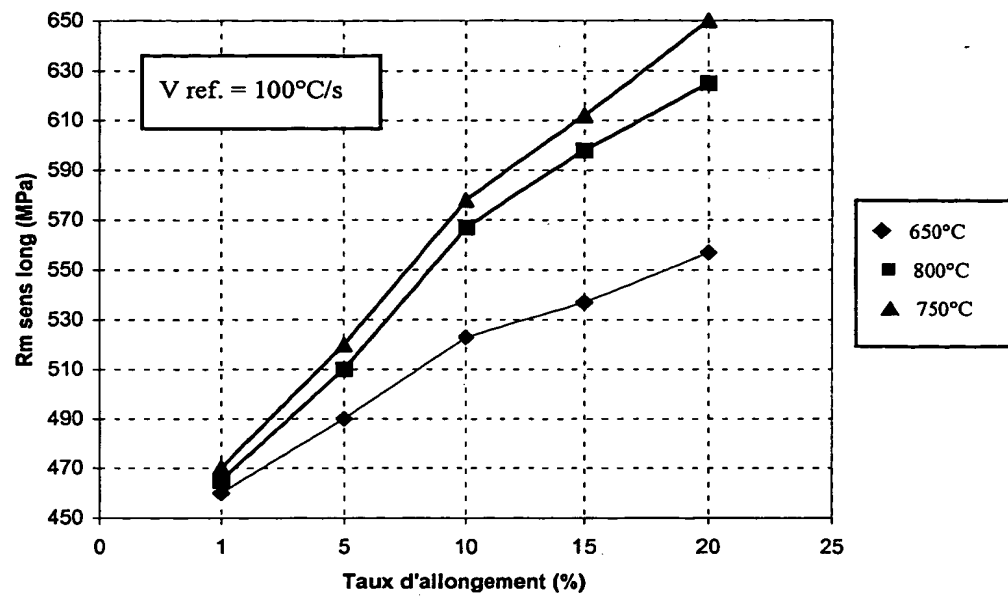


FIG. 1

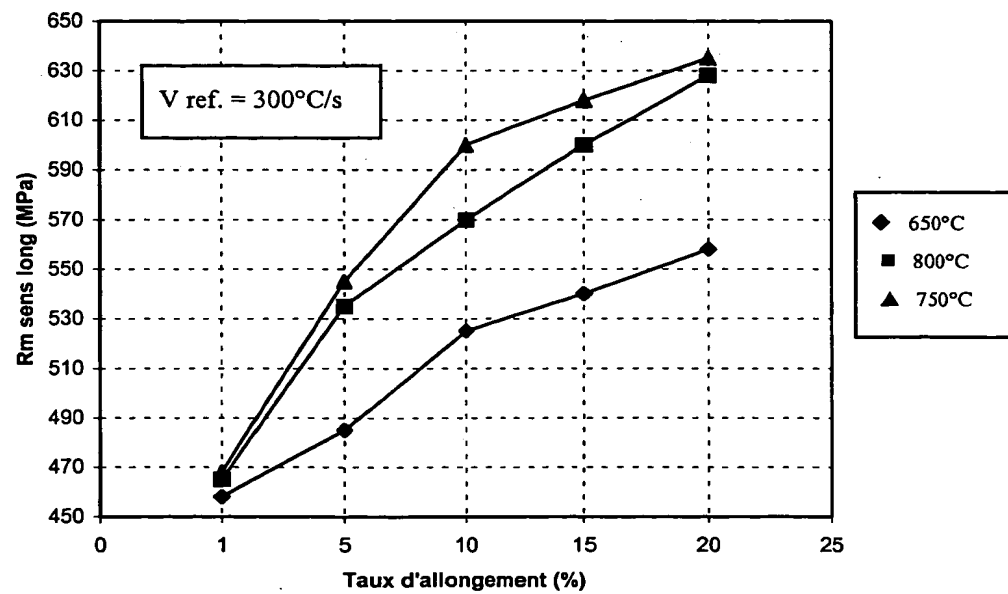


FIG. 2

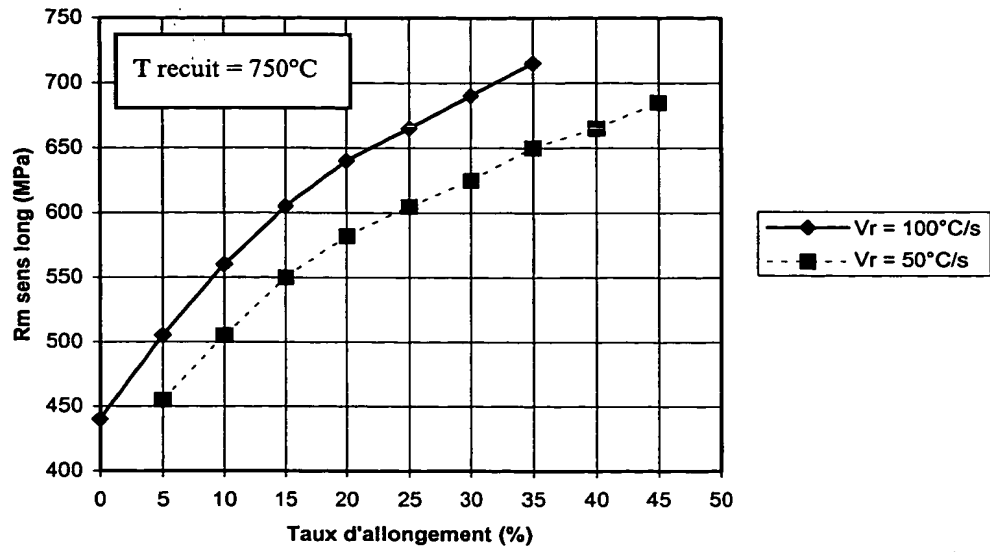


FIG. 3

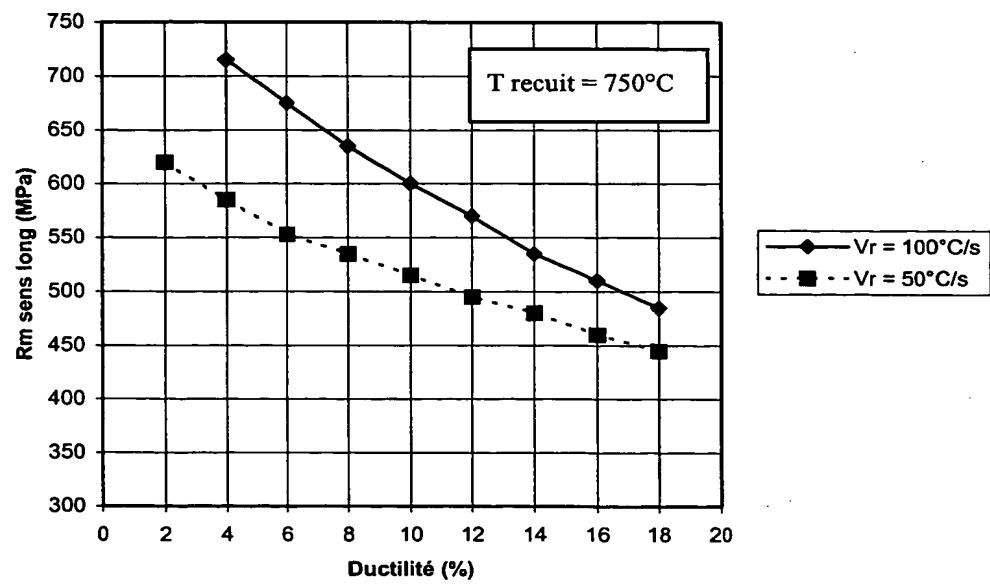


FIG. 4

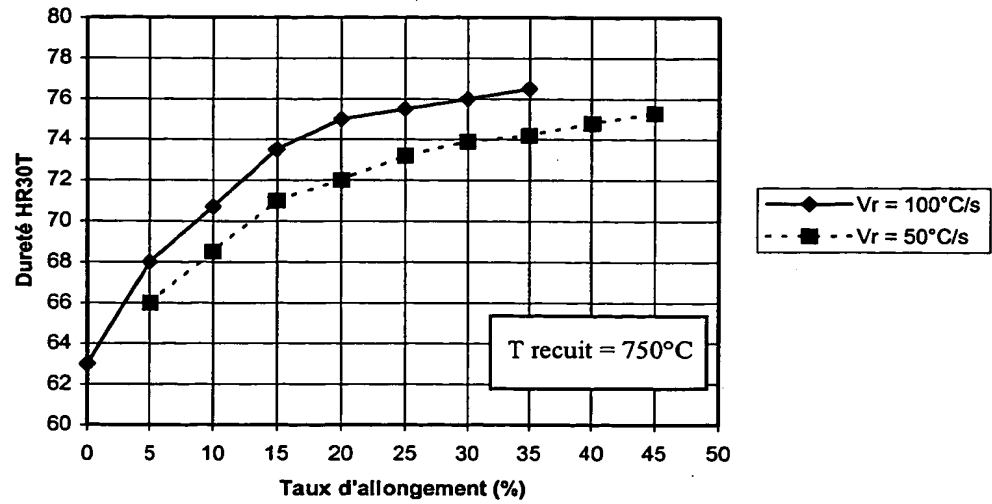


FIG. 5

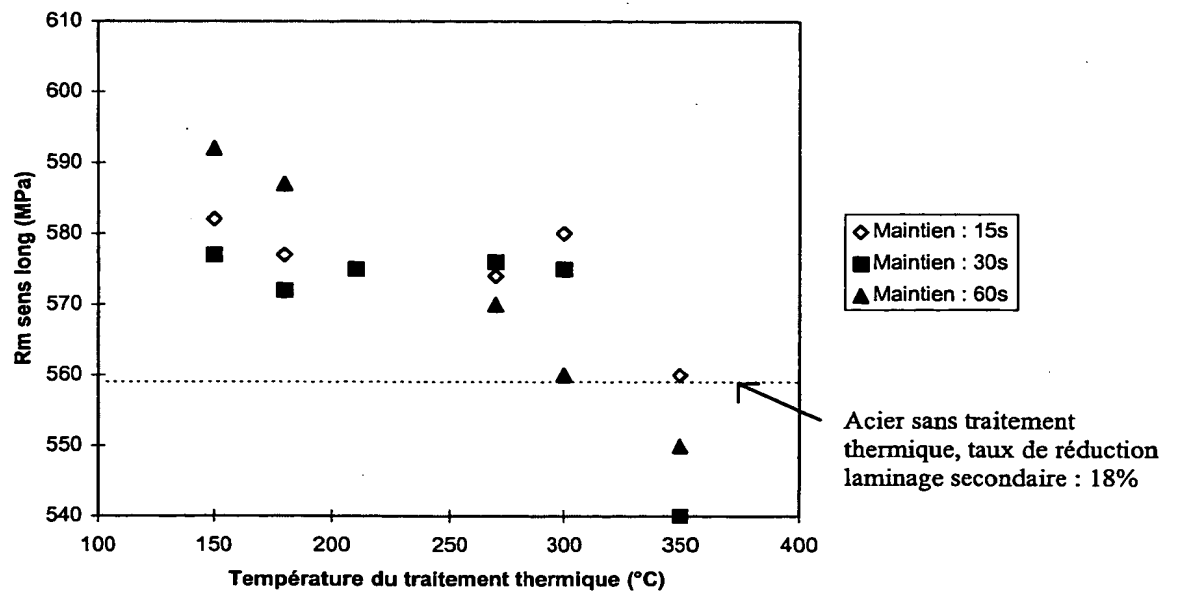


FIG. 6

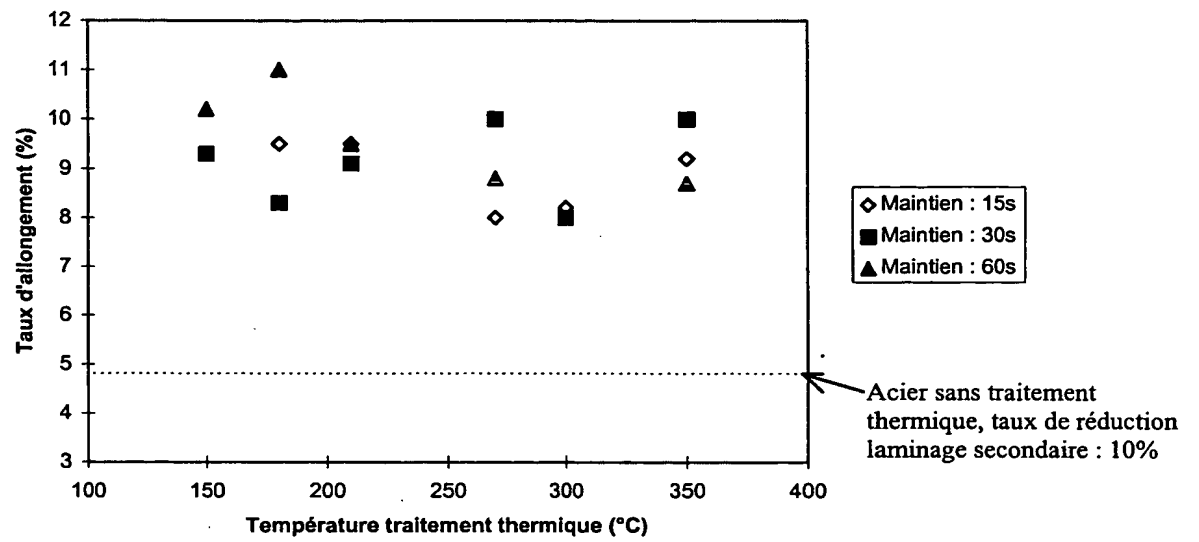


FIG. 7

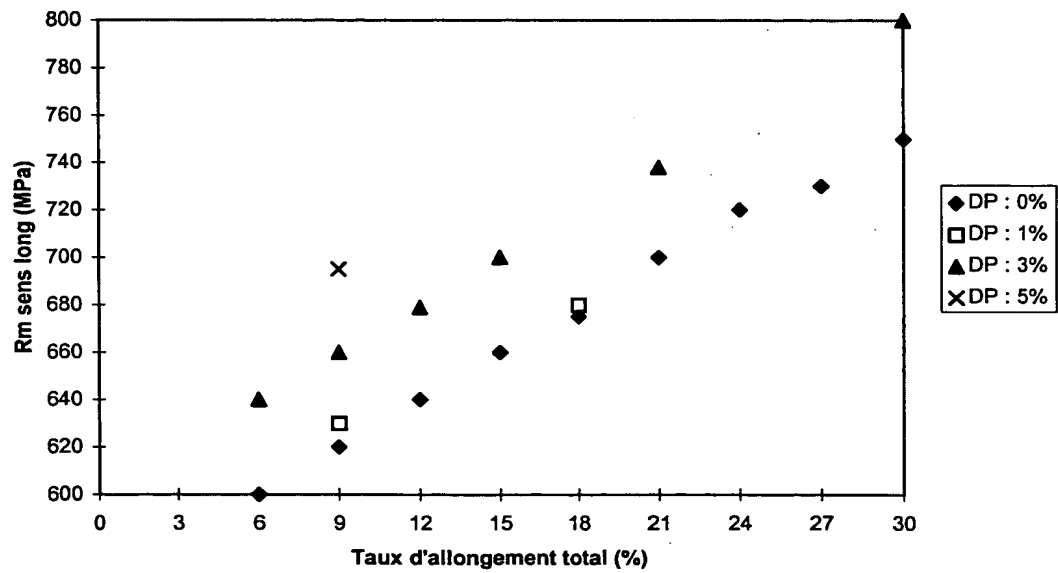


FIG. 8

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

DOCKET NO: 193378 US 55X

OBLON, SPIVAK, MCCLELLAND, MAIER & NEUSTADT, P.C.

ATTORNEYS AT LAW

FOURTH FLOOR

1755 JEFFERSON DAVIS HIGHWAY

ARLINGTON, VIRGINIA 22202 U.S.A.

SERIAL NO: 09/610,343